

**ГОДОВОЙ ОТЧЕТ ГЛАВНОГО НАУЧНОГО
МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ЦЕНТРА ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
ЗА 2013 г.**

Содержание

Ведение.....	3
1. Выполнение функций Главного научного метрологического центра Госкорпорации «Росатом»	7
1.1 Проведение отраслевого метрологического надзора	10
1.2 Проведение оценки состояния измерений.....	11
1.3 Метрологическая экспертиза нормативной документации	13
1.4 Информационная поддержка метрологического сообщества	14
1.5 Разработка и актуализация нормативной документации.....	17
1.6. Разработка планов проведения межлабораторных сличительных испытаний в атомной отрасли	18
2. Метрологическое обеспечение предприятий Госкорпорации «Росатом»	21
2.1 Разработка стандартного образца массовой доли урана в металлическом уране	22
2.2 Аттестация методики измерения поверхностной загрязненности сборок ТВС-КВАДРАТ хлором.....	25

Ведение

Во всех ведущих странах мира функционирование системы единства измерений, ее работоспособность и «умение» вовремя откликнуться на вызовы научно-технического прогресса рассматривается как государственная задача.

Действительно, метрология – это единственная техническая дисциплина, закреплённая законодательно. Во многих высокоразвитых странах (США, Великобритания, Франция, Германия, Чехия и др.) разработаны законы, регламентирующие деятельность по обеспечению единства измерений. В Российской Федерации в 2008 году был внедрён уже второй закон «Об обеспечении единства измерений». Такое особое отношение к данной науке вызвано тем, что измерения являются неотъемлемой частью нашей жизни, а отсутствие единства и точности измерений полностью нивелирует их значимость.

Результаты измерений и контроля параметров готовой продукции и процессов ее производства являются единственной информацией для гарантий качества продукции. Всего лишь один недостоверный результат измерения или контроля способен дестабилизировать работу систем управления технологией, привести к браку или аварии. Поэтому значение точности и достоверности измерений для продукции, особенно в таких отраслях как атомная, трудно переоценить.

Понимание необходимости создания единой глобальной системы в области обеспечения единства измерений появилось ещё в 19 веке. В 1875 году была подписана метрическая конвенция, целью которой было обеспечение единства метрологических стандартов в разных странах. В этом же году учреждено Международное бюро мер и весов (МБМВ), в котором хранятся международные эталоны основных единиц величин. Основной задачей бюро является обеспечение существования единой системы измерений во всех странах-участницах конвенции.

В 1955 году была подписана межправительственная конвенция, учреждающая Международную организацию законодательной метрологии (МОЗМ). В настоящее время в МОЗМ сотрудничает 110 государств. В области метрологии работают и другие международные организации такие, как МАГАТЭ, МЭК, ИСО.

Для современной метрологии интегрирование, а в ряде случаев и централизация, приобретает еще большее значение.

Существует много примеров в международной практике по централизации отдельных видов деятельности в области метрологического обеспечения. Так, в Европе функционирует международный Институт стандартных образцов и измерений, который разрабатывает международные стандартные образцы и обеспечивает ими предприятия стран Европы. На постоянной основе проводятся межлабораторные сличительные испытания с привлечением ведущих аналитических лабораторий Европы и США, а проведение международных интеркалибровок стало широко применяемой практикой. Всё это является эффективными инструментами обеспечения единства измерений.

Формирование единой, целостной системы метрологического обеспечения является важной задачей не только в мировой практике, но и в рамках страны, а тем более в такой ответственной области деятельности, как использование атомной энергии.

Для атомной отрасли характерна высокая степень автоматизации производства и насыщенность предприятий сложными измерительными приборами, контрольными установками, системами, комплексами. От достоверности и состояния контрольно-измерительных процедур, которые невозможно представить без аттестованных методик и стандартных образцов, зависит качество измерительной информации, а, следовательно, и качество продукции. В настоящее время качество играет ключевую роль в обеспечении конкурентоспособности и устойчивого развития. Эксплуатационная безопасность продукции является составной частью

свойств, характеризующих качество продукции. Применительно к атомной отрасли, где вопросы безопасности имеют приоритетное значение, соотношение между безопасностью и качеством носит такой характер, когда определяющим является безопасность, а качество – одним из факторов, определяющим ее уровень.

Одной из особенностей атомной отрасли является то, что во многих случаях при контроле параметров процессов производства средства измерений недоступны для метрологического обслуживания, что приводит к необходимости создания и развития сложных измерительных систем и комплексов измерений и разработки специфических методик поверки средств измерений. Таких особенностей в атомной отрасли достаточно много, и их наличие определяет необходимость разработки специальных подходов к метрологическому обеспечению в Госкорпорации «Росатом». Например, введение приемочных значений при приемочном контроле, аттестация не только методик измерений, но и методик испытаний и контроля и т.д. Разработка таких подходов должна проводиться комплексно, система метрологического обеспечения должна быть централизованной, функционирующей по единым правилам.

По этой причине особую угрозу представляют попытки выведения метрологических служб на аутсорсинг или формирование индивидуальных подходов к метрологическому обеспечению в структурных единицах корпорации.

Федеральный закон от 30.11.2011 №347-ФЗ "О внесении изменений в отдельные законодательные акты Российской Федерации в целях регулирования безопасности в области использования атомной энергии» определил, что особенности обеспечения единства измерений при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии устанавливаются Правительством Российской Федерации. Эти особенности были определены в соответствующем Положении, утвержденном Постановлением Правительства РФ от 30.12.2012г. № 1488.

Метрологические нормы и правила, учитывающие особенности атомной отрасли, также разрабатывались и ранее - в ОАО «ВНИИНМ», который на протяжении почти 20 лет выполняет функции Центральной головной организации метрологической службы Госкорпорации «Росатом» (ЦГОМС). Так, за это время под руководством ЦГОМС были разработаны отраслевые подходы к аттестации стандартных образцов и методик измерений, аккредитации измерительных лабораторий, к системе оценки состояния измерений, системе метрологического обеспечения учета и контроля ядерных материалов и т.д. Это нашло отражение в 25 отраслевых и 2 национальных стандартах, которые применяются во всех дивизионах Госкорпорации «Росатом» и охватывают все виды проводимых измерений.

Разработанные подходы находят постоянное применение на практике. Так ЦГОМС совместно с аналитическими лабораториями предприятий, проводит постоянное совершенствование действующих и аттестацию новых методик измерений, разрабатывает стандартные образцы, проводит метрологическую экспертизу документации, ведет отраслевые реестры методик измерений и стандартных образцов, обеспечивает научно-методическую помощь предприятиям отрасли, а также проводит информационное обслуживание отрасли по вопросам метрологического обеспечения. Специалисты ЦГОМС на базе НОУ ДПО «ЦИПК» проводят курсы повышения квалификации сотрудников метрологических служб предприятий Госкорпорации «Росатом».

Кроме этого, на протяжении многих лет ЦГОМС в соответствии с Положением о метрологической службе отрасли осуществляет деятельность по проведению отраслевого метрологического надзора, что является очень важной и ответственной задачей, так как любая система требует постоянного контроля и регулирования. Таким образом, в Госкорпорации «Росатом» создана система высокой достоверности принятия решений о качестве продукции и безопасности ее применения.

1. Выполнение функций Главного научного метрологического центра Госкорпорации «Росатом»

Работы по совершенствованию метрологического обеспечения отрасли и выполнению функций Центральной головной организации метрологической службы Госкорпорации «Росатом» проводятся научно-исследовательским метрологическим отделением ОАО «ВНИИНМ» в рамках выполнения функций Центральной головной организации метрологической службы Госкорпорации «Росатом» (ЦГОМС), обязанности которой возложены на ОАО «ВНИИНМ» приказом Генерального директора Госкорпорации «Росатом» от 16.03.2010 № 189.

Метрологическая служба Госкорпорации «Росатом» создана с целью координации работ по обеспечению единства и требуемой точности измерений на предприятиях и в организациях Госкорпорации «Росатом» и осуществления метрологического надзора.

В целях консолидации усилий организаций Госкорпорации «Росатом» по повышению контроля качества отраслевой продукции, технологических процессов и объектов окружающей среды, а также обеспечения надежности и достоверности получаемой измерительной информации, ЦГОМС осуществляет:

- координацию деятельности и организационно-методическое руководство метрологическими службами организаций;
- систематический анализ состояния метрологического обеспечения и измерений в организациях ГК «Росатом» для разработки отраслевых программ метрологического обеспечения организаций;
- взаимодействие со службой Главного метролога ГК «Росатом», Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), органами государственной метрологической службы;
- метрологическую экспертизу нормативной документации по метрологическому обеспечению государственного и отраслевого уровня;

- функции головной организации по аттестации методик и стандартных образцов;
- ведение реестров и баз данных по отраслевым стандартным образцам и методикам выполнения измерений.

Возложенные задачи ЦГОМС реализует:

- организацией деятельности межотраслевой научно - технической комиссии, утвержденной совместным распоряжением Госкорпорации «Росатом» и Росстандарта;
- организацией и участием в проверках состояния и применения средств измерений, соблюдения метрологических правил и норм в организациях в рамках отраслевого метрологического надзора и контроля;
- проведением анкетированных опросов организаций;
- разработкой нормативной документации по вопросам метрологического обеспечения;
- взаимодействием с зарубежными партнерами по вопросам метрологии;
- осуществлением научно-методической помощи организациям Госкорпорации «Росатом» по вопросам разработки и аттестации методик выполнения измерений и испытаний и стандартных образцов;
- систематическим обновлением информации в базе данных, совершенствованием ее структуры и программного обеспечения, доведением информации о состоянии и содержании базы данных до сведения организаций.

Работы по обеспечению функций ЦГОМС являются ежегодными.

Необходимость и актуальность этих работ определяется современными требованиями к качеству продукции и повышению ее конкурентоспособности, изменением государственных метрологических правил и норм, устанавливаемых в государственных нормативных документах.

Для достижения поставленной цели ЦГОМС осуществляет методическое руководство и оказывает научно-методическую помощь организациям Госкорпорации «Росатом» по всем вопросам метрологического обеспечения измерений и выработке соответствующих рекомендаций.

В целях своевременного информирования предприятий Госкорпорации «Росатом» о новейших разработках и современных тенденциях в области метрологического обеспечения был создан отраслевой метрологический сайт www.metroatom.ru.

В 2013 году ОАО «ВНИИНМ» было повторно аккредитовано Федеральной службой по аккредитации на право проведения аттестации методик (методов) измерений, аттестации стандартных образцов и проведение метрологической экспертизы.



1.1 Проведение отраслевого метрологического надзора

В 2013 году в рамках выполнения функций ЦГОМС Госкорпорации «Росатом» был проведен отраслевой метрологический надзор на 7 предприятиях отрасли в соответствии с графиком надзора, утвержденным Генеральным директором Госкорпорации «Росатом».

Надзор был проведен на следующих предприятиях:

- ООО «Новоуральский конструкторский центр»;
- ОАО «Ангарский электролизный химический комбинат»;
- ОАО «ОКБМ Африкантова»;
- ФГУП «ГНЦ РФ ТРИНИТИ»;
- ФГУП «РосРАО»;
- ОАО «Радиовый институт»;
- ОАО «НИАЭП».

В состав комиссий по проверкам включались высококвалифицированные специалисты в области метрологического обеспечения. В целом всеми комиссиями было отмечено удовлетворительное состояние метрологического обеспечения, хотя в большинстве случаев можно отметить некоторые тревожные симптомы:

- устаревший парк эталонов;
- устаревший парк средств измерений;
- старение метрологических кадров, почти полное отсутствие притока молодых специалистов;
- попытки вывести метрологические службы из основного производства в «аутсорсинг».

1.2 Проведение оценки состояния измерений

Оказание услуг по оценке состояния измерений лабораторий (измерительных, испытательных, аналитических) в организациях Госкорпорации «Росатом» осуществляется в целях определения наличия в лабораториях условий, необходимых для выполнения измерений и их соответствия требованиям Российского законодательства в области обеспечения единства измерений, а также действующих метрологических правил и норм и ориентирована для применения в лабораториях, чья компетентность в области обеспечения единства измерений не была официально признана, т.е. не аккредитованных уполномоченными органами, согласно приказу Госкорпорации «Росатом» от 23.12.2011 №1/1114-П «Об утверждении Регламента оценки состояния измерений в организациях Госкорпорации «Росатом».

Качество информации характеризуется набором показателей. К ним относится объём (или полнота) представляемых данных, их форма, оперативность, стоимость, достоверность, сопоставимость с данными других лабораторий. Заказчик может оценить сам четыре первых показателя, однако, как правило, не имеет возможности сделать это по отношению к достоверности и сопоставимости информации. В связи с этим у лаборатории возникает необходимость убедить клиента в том, что она компетентна, т. е. способна выдать информацию, отвечающую всем его требованиям. Для этого необходимо наличие документов, устанавливающих критерии компетентности и требования, которые нужно соблюдать лабораториям, чтобы соответствовать этим критериям.

В настоящее время в Госкорпорации «Росатом» деятельность, связанная с оценкой состояния измерений в испытательных и измерительных лабораториях регламентируется межгосударственными, национальными и отраслевыми нормативными документами.

В соответствии с графиком в 2013 году была проведена оценка состояния измерений в 41 лаборатории 14 предприятий отрасли: ОАО

«ОКБМ Африкантова», ФГУП «ГНЦ РФ ФЭИ», ФГУП «ВНИИА», ОАО «ГНЦ НИИАР», Белоярская АЭС, Курская АЭС, ФГУП «ПО Маяк», Смоленская АЭС, ОАО «НИКИМТ-Атомстрой», ФГУП «Комбинат ЭХП», ФГУП «ПО Старт», ОАО «ППГХО», ОАО «ВНИИНМ», ФГУП «РФЯЦ «ВНИИЭФ».

1.3 Метрологическая экспертиза нормативной документации

Оказание услуг по метрологической экспертизе разрабатываемых и актуализируемых нормативных документов, национальных стандартов, федеральных норм и правил, межгосударственных стандартов в части обеспечения системы измерений в области использования атомной энергии проводится согласно приказу Госкорпорации «Росатом» от 16.03.2010 № 189 «О метрологической службе».

В 2013 году была проведена метрологическая экспертиза 12 нормативных документов, разработанных в Госкорпорации «Росатом».

1.4 Информационная поддержка метрологического сообщества

Оказание услуг по организационной и информационной поддержке метрологического сообщества Госкорпорации «Росатом» проводится путем поддержания и постоянной актуализации интернет портала www.metroatom.ru. Также в ноябре 2013 г. в ОАО «ВНИИНМ» было проведено заседание научно-технической комиссии по метрологии в атомной промышленности и энергетике (НТК).

НТК является консультативным и совещательным органом, созданным в 2009 году на основании совместного распоряжения Госкорпорации «Росатом» и Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в целях научно-методической и экспертной поддержки реализации федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечения единства измерений» на предприятиях атомной промышленности и энергетике и для проведения согласованной научно-технической политики в области обеспечения единства измерений.

В заседании НТК приняли участие главные метрологи 15-ти предприятий Госкорпорации «Росатом», 6 из которых входят в контур управления ТК «ТВЭЛ».



В рамках заседания были рассмотрены и обсуждены нормативные документы по метрологическому обеспечению, разработанные в 2013 году в рамках реализации постановления Правительства Российской Федерации

«Об особенностях обеспечения единства измерений при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии».

Метрологическое отделение ОАО «ВНИИНМ» приняло участие в ежегодной выставке «Метрол-Экспо», где представило разработки в области метрологического обеспечения в рамках единой композиции Госкорпорации «Росатом».

Разработки ОАО «ВНИИНМ» были отмечены золотой медалью выставки.



Были проведены работы по актуализации отраслевых реестров и баз данных методик и стандартных образцов.

В мае 2013 года в Москве и в Обнинске на базе НОУ ДПО ЦИПК прошла школа-семинар «Поддержание квалификации главных метрологов организаций Госкорпорации «Росатом». В ходе заседания с лекциями выступили представители Центральной головной организации метрологической службы Госкорпорации «Росатом» (ОАО «ВНИИНМ»). Всем слушателям были вручены учебные пособия «Метрологическое обеспечение производства», авторами которого являются сотрудники ОАО «ВНИИНМ».



В рамках школы-семинара были проведены круглые столы по актуальным вопросам построения и структуризации Метрологической службы Госкорпорации «Росатом» в свете вышедшего Постановления правительства Российской Федерации от 30.12.12 №1488, утвердившего «Положение об особенностях обеспечения единства измерений при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии», а также по вопросам аккредитации в области обеспечения единства измерений при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии.

1.5 Разработка и актуализация нормативной документации

В 2013 году была проведена актуализация двух отраслевых стандартов:

- ОСТ 95 10542-98 «Отраслевая система обеспечения единства измерений. Контроль химических реактивов»;
- ОСТ 95 10596-2005 «Учет и контроль ядерных материалов. Межлабораторная аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий».

Специалисты метрологического отделения приняли участие в разработке нормативно-правовых актов в развитие Постановления Правительства РФ «Об особенностях обеспечения единства измерений при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии».

1.6. Разработка планов проведения межлабораторных сличительных испытаний в атомной отрасли

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) включают в себя организацию, проведение измерений и оценку их результатов на специально подобранных шифрованных образцах в нескольких лабораториях в соответствии с предварительно заданными условиями.

Одной из главных задач МСИ является выявление проблем в лабораториях и проведение корректирующих действий для обеспечения единства измерений. МСИ являются наиболее рациональным инструментом, позволяющим оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и дающим наглядное представление о реальной точности методик измерений в целом.

В мировой практике в области использования атомной энергии межлабораторные сличения проводятся на постоянной основе. В российской атомной отрасли проведение программ МСИ не носит постоянный характер.

Для исправления сложившейся ситуации специалистами ОАО «ВНИИНМ» был предпринят ряд действий. В частности в 2011 году были разработаны методические указания и типовая программа проведения МСИ в лабораториях атомных электростанций (АЭС) с реакторной установкой типа РБМК (реактор большой мощности канальный). В том же году были проведены МСИ в лабораториях Смоленской АЭС для оценки качества измерений контурных вод по 10 параметрам с использованием 12 методик измерений. В 2012 году была проведена аналогичная программа на всех АЭС с реакторной установкой типа РБМК – Курской, Смоленской и Ленинградской. Большинство полученных результатов являлись удовлетворительными в границах заявленных погрешностей, тем не менее были выявлены некоторые проблемы и сделаны рекомендации по улучшению качества измерений.

Проведение двух программ МСИ на Смоленской АЭС с разницей в один год показало эффективность внедрения данного инструмента. На рисунке 1 представлены результаты измерений по одному из контролируемых параметров – железо, определяемое колориметрическим методом с О-фенантролином. В верхней части рисунка представлены результаты 2011 года, в нижней – 2012 г. Из рисунка видно, что после проведения первого круга МСИ качество измерений повысилось. Аналогичный вывод может быть сделан и по остальным параметрам.

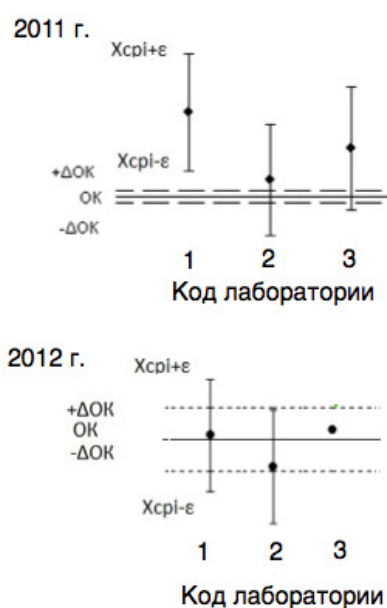


Рис. 1. Результаты измерений железа колориметрическим методом с О-фенантролином

$X_{срi}$ - среднее значение (результат анализа) i -той лаборатории;
 ϵ - случайная составляющая погрешности среднего результата анализа;

ОК - аттестованное значение содержания ионов железа в контрольном образце;

$\pm \Delta_{ок}$ - погрешность аттестованного значения содержания ионов железа в контрольном образце.

Таким образом была показана целесообразность внедрения такого инструмента как МСИ в атомной отрасли. Для этого было разработано «Положение об организации и проведении межлабораторных сличительных

испытаний на предприятиях государственной корпорации по атомной энергии «Росатом». В нем определены порядок и содержание работ по проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний с использованием образцов для контроля. Также был проведен анализ с целью определения основных измерений, проводимых в отрасли. В результате этого была составлена анкета, содержащая порядка 40 объектов измерений и более 100 параметров. Анкета была разослана на предприятия атомной отрасли, собраны отзывы и определены те параметры, которые интересуют наибольшее количество предприятий. Наибольшее количество заявок от предприятий было получено по контролю содержания примесей в воде, что было вполне ожидаемым, так как чистоту воды контролируют на всех предприятиях атомной отрасли. На втором месте по количеству заявок находятся ядерные материалы, следом за ними – конструкционные (таблица 1).

Таблица 1 - Планируемые программы МСИ на предприятиях Госкорпорации «Росатом»

№	Объект контроля	Определяемый показатель
1	Природная, сточная, контурная вода	АПАВ, анионы, катионы, жесткость общая, сухой остаток
2	Ядерные материалы	Массовая доля урана, металлические примеси
3	Стали и сплавы	Никель, Хром, Марганец, Молибден, Медь, Титан, Кремний, Фосфор, Сера, Кремний, Хром, Марганец, Никель, Медь, Ванадий, Молибден, Ниобий

В результате внедрения программ МСИ удастся скоординировать взаимоотношения «поставщик- потребитель», повысить качество измерений в отрасли и как следствие качество и безопасность выпускаемой продукции.

2. Метрологическое обеспечение предприятий Госкорпорации «Росатом»

В 2013 году метрологическим отделением было заключено 64 договора с 15 предприятиями Госкорпорации «Росатом»: ОАО «ТВЭЛ», ОАО «СХК», ОАО «МСЗ», ОАО «ЧМЗ», ОАО «НЗХК», ОАО «ПО ЭХЗ», ОАО «АЭХК», ФГУП «ПО «МАЯК», ФГУП «ГНЦ РФ ФЭИ», ЗАО «Далур», ОАО «ИРМ», ОАО «СНИИП», ОАО «КМЗ», ФГУП «НИИ НПО Луч», Курская атомная станция.

Основными работами, выполненными в рамках данных договоров, являлись:

- Аттестация методик измерений;
- Разработка и аттестация стандартных образцов;
- Разработка нормативной документации;
- Авторский надзор;
- Метрологическая экспертиза.

2.1 Разработка стандартного образца массовой доли урана в металлическом уране

Стандартные образцы (СО) предназначены для воспроизведения, хранения и передачи характеристик состава или свойств веществ (материалов), выраженных в значениях единиц величин, допущенных к применению в Российской Федерации.

В настоящее время в Госкорпорации «Росатом» деятельность, связанная с разработкой и аттестацией стандартных образцов, регламентируется межгосударственными, национальными и отраслевыми нормативными документами. Межгосударственные документы – это документы принятые не только в России, но и в странах СНГ. Национальные документы – это документы в ранге национальных стандартов, правил по метрологии, рекомендаций Госстандарта России и рекомендаций, разработанных государственными научными метрологическими центрами (институтами Госстандарта России). Отраслевые документы – это отраслевые стандарты и руководящие документы, разработанные в развитие межгосударственных и национальных нормативных документов.

Стандартный образец утвержденного типа – ГСО массовой доли урана в металлическом уране был аттестован как российский СО 1 класса в системе учета и контроля ядерных материалов. ГСО предназначен для передачи размера единиц образцам низшего класса и контроля погрешности измерений массовой доли урана для разрушающих методов анализа при учетных измерениях.

Стандартный образец был аттестован путем установления значений метрологических характеристик СО в одной аттестующей лаборатории с подтверждающими измерениями.

В качестве метода измерения массовой доли урана использовали высокопрецизионную гравиметрию с пероксидным осаждением. Методика была специально разработана и аттестована для проведения аттестационных

измерений стандартных образцов. Данная методика свободна от значимой систематической погрешности.

При подтверждающих измерениях использовали методику высокопрецизионного потенциометрического титрования по Дэвису-Грэю.

Материал для СО был изготовлен по штатной технологии в ОАО «Чепецкий механический завод» в виде слитка металлического урана методом рафинировочной плавки чернового металла.

Для очистки металла от ряда примесей, попавших в него из исходной урановой соли, футеровки, восстановителя и во время шихтовки из воздуха применялся метод рафинировочной плавки.

При исследованиях однородности материала СО была использована методика измерений массовой доли урана пероксидным гравиметрическим методом.

Аттестационные измерения материала СО были проведены в условиях сходимости высокопрецизионным гравиметрическим методом с пероксидным осаждением.

С целью проверки корректности результатов аттестационных измерений были проведены дополнительные независимые измерения материала СО методом высокопрецизионного потенциометрического титрования по Дэвису-Грэю. Данный метод основан на титровании урана (IV) стандартным раствором бихромата калия до потенциометрической эквивалентной точки.

Таблица 2 – Результаты измерений массовой доли урана в металлического уране методом потенциометрического титрования.

Результат определения массовой доли урана $X_{подтв}$, %			Аттестованное значение СО, A_{CO} массовая доля, %
99,861	99,844	99,825	99,857±0,027
99,823	99,854	99,851	
99,858	99,853	99,870	
99,821	99,849	99,856	
99,829	99,857	99,831	
99,817	99,894	99,864	
99,862	99,860		
$\overline{X}_{подтв}$, %		99,849	

Полученное среднее значение подтверждающих измерений удовлетворяет условию:

$$|A_{CO} - \overline{X}_{подтв}| = |99,857 - 99,849| = 0,008 \leq \Delta_{CO} = 0,029,$$

что является подтверждением правильности проведенной аттестации.

2.2 Аттестация методики измерения поверхностной загрязненности сборок ТВС-КВАДРАТ хлором

Методики измерений разрабатывают и применяют с целью обеспечения выполнения измерений с погрешностью, не превышающей нормы погрешности или приписанной характеристики погрешности (неопределенности).

В сферах госрегулирования к методикам измерений предъявляются требования в соответствии с ГОСТ Р 8.563 - 96 ГСИ. Методики выполнения измерений.

В рамках данной работы была разработана и аттестована методика измерения поверхностного загрязнения хлором сборок ТВС-КВАДРАТ. Методика была разработана в рамках проектов ОАО «ТВЭЛ», направленных на продвижение сборок российского производства на международный рынок.

Для данной методики были разработаны планы экспериментальных исследований, по результатам выполнения которых были отработаны процедуры снятия пробы и аналитические процедуры, установлены характеристики погрешности.

На основании предварительно проведенных определений хлора на поверхности твэлов, из которых собираются сборки, было установлено, что контролируемый параметр не может быть проварьирован во всем аттестуемом диапазоне, т.к. на поверхности твэлов хлор не обнаруживается. Поэтому были смоделированы искусственные объекты измерений с необходимыми значениями измеряемой величины с использованием метода нанесения добавки.

В ходе аттестационных измерений для оценки характеристики сходимости и случайной составляющей погрешности методики использовались выборки результатов параллельных определений массы хлора на подготовленных фильтрах.

Неисключенная систематическая погрешность измерений масс хлора была обусловлена погрешностью пробоподготовки, погрешностью образцов для градуировки, погрешностью установления градуировочной зависимости и погрешностью измерения аналитических сигналов.

На основании установленных значений доверительных границ случайной составляющей погрешности в условиях сходимости и доверительных границ неисключенной систематической составляющей погрешности установил интервальную оценку суммарной погрешности методики для доверительной вероятности 0,95.

При размере площади снятия загрязнения, составляющей не менее 1 дм² погрешности результатов измерений поверхностного загрязнения хлором сборок ТВС-КВАДРАТ не превышает значений характеристик, указанных в таблице 3.

Таблица 3- Погрешности результатов измерений поверхностного загрязнения хлором сборок ТВС-КВАДРАТ

Диапазон измерений поверхностного загрязнения хлоридами, мкг/дм ²	Характеристика сходимости, $\sigma_{cx}(\delta)$	Характеристика неисключенной систематической погрешности, $\theta_{МВИ}$	Доверительные границы суммарной погрешности при n=2, δ
От 5 до 10 вкл.	0,14	0,47	0,51
Св. 10 до 30 вкл.	0,14	0,19	0,27

Данная методика была оформлена в ранге отраслевой инструкции и внесена в отраслевой реестр аттестованных методик.